

# **TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

Fakulta mechatroniky a mezioborových inženýrských studií

Studijní program: B2612 – Elektrotechnika a informatika

Studijní obor: Informatika a logistika

## **Využití NZVI k redukci kontaminace PCB**

## **Using NZVI for PCB contaminated water remediation**

### **Bakalářská práce**

Autor: Roman Peterka

Vedoucí BP práce: Doc. Dr. Ing. Miroslav Černík, CSc.

Konzultant: Ing. Lenka Lacinová

V Liberci 11. 5. 2007



## Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé BP a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé bakalářské práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užít své bakalářské práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím bakalářské práce a konzultantem.

Datum

Podpis

## **Poděkování**

Za vedení bakalářské práce a poskytnutou pomoc v průběhu její tvorby děkuji Doc. Dr. Ing. Miroslavu Černíkovi, CSc.. Za rady a připomínky při realizaci praktické části laboratorních testů děkuji Ing. Lence Lacinové.

## Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá problematikou znečištění životního prostředí částicemi PCB (polychlorovanými bifenoly) zejména jednou z nadějných možností k jejich šetrnému odstranění. Metoda, zkoumaná v této práci, spočívá ve využití specifických vlastností nanočástic nulmocného železa a především jeho schopnosti vázat na sebe molekuly PCB.

PCB byly vyráběny od roku 1929 jako chemické látky pro průmyslové využití. Jejich využití se odvíjelo od jejich vlastností, kterými jsou zejména termostabilita, nehořlavost a nevznětlivost, nekorozivnost, malá těkavost či dobrá schopnost elektroizolace. Jelikož jde o látky velmi stálé, v přírodě se nerozkládají a hromadí se zde. Informace o jejich toxických vlastnostech nebyly buď zcela známy nebo byly podceňovány. Dnes můžeme nalézt místa v ČR, kde se akumulace PCB v půdě stává významným ekologickým problémem. PCB způsobují při dlouhodobém kontaktu s lidským organismem závažné zdravotní problémy.

Cílem této práce by mělo být zjištění, je-li metoda využívající nanočástice nulmocného železa použitelná na odstranění PCB z vody. Toto ověřování probíhalo pomocí laboratorních experimentů na reálném vzorku kontaminované povrchové vody z Rožmitálu pod Třemšínem. Zde došlo v roce 1986 ekologické havárii - úniku velkého množství topného oleje obsahujícího PCB a následnému zamoření povrchových vod.

Při testování se hledala účinná koncentrace nanoželeza a byla sledována kinetika procesu. Třepací testy a měření fyzikálně chemických parametrů probíhalo v laboratoři TUL a analýzy PCB prováděla analytická laboratoř AQUATEST a.s. v Praze.

Na základě provedených testů byla prokázána účinnost této metody. V průběhu dalšího testování bude nutné soustředit se na nalezení optimálních podmínek pro použití této metody.

## Annotation

This Bachelor work deals with problems of environmental pollution by PCB (polychlorinated biphenyls), especially with one of hopeful possibilities of their considerate elimination. The method studied in this work rests in use of specific characteristics of nanoparticles of zero-valent iron and mainly its ability to treat molecules of PCB on itself.

PBC were produced since 1929 as chemical materials for industrial use. Their use was bonded on their characteristics, which are especially thermostability, incombustibility and non-inflammability, noncorrosivity, little volatility or good ability of electric insulation. Because those are materials very stable, they don't decay in environment and accumulate. Information about their toxic weren't either completely known or were underestimated. Today we can find places in the Czech Republic where accumulation of PCB in soil is becoming a significant ecological problem. PBC cause serious health problems during long-term contact with a human organism.

The aim of this work should be a discovery whether the method using nanoparticles of zero-valent iron is usable for elimination of PCB out of water. This verification was passing off by means of laboratory experiments on a real sample of contaminated surface water from Rožmitál pod Třemšínem. In 1986 an ecological accident took place there – leakage of large amount of fuel oil containing PCB and consequential contamination of surface water.

During testing it was being looked for effective concentration of iron and kinetics of process were being observed. Batch tests and measuring of physicochemical parameters took place in a laboratory of TUL and analyses of PCB were pursued by the analytical laboratory AQUATEST a.s. in Prague.

On the basis of accomplished tests, effectiveness of this method was proved. In further testing it will be necessary to concentrate on finding optimal conditions for using of this method.

**Keywords:** PCB, NZVI, nanoparticles, physicochemical parameters, laboratory TUL

## Obsah

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 1.    | Úvod.....  | 10 |
| 2.    | Nanotechnologie .....  | 11 |
| 2.1   | Členění nanomateriálů .....                                    | 11 |
| 2.2   | Typy nanočástic a jejich příprava .....                        | 14 |
| 2.3   | Monometalické částice Fe <sup>0</sup> .....                    | 14 |
| 2.3.1 | Nanočástice typu Zhang:.....                                   | 15 |
| 2.3.2 | Nanočástice typu TODA.....                                     | 15 |
| 2.4   | Využití nanotechnologie v oblasti životního prostředí.....     | 16 |
| 2.5   | Popis technologie sanace kontaminované podzemní vody .....     | 17 |
| 3.    | PCB (Polychlorované bifenyly).....                             | 18 |
| 3.1   | Stručná charakteristika .....                                  | 18 |
| 3.2   | Podrobnější charakteristika .....                              | 19 |
| 3.2.1 | Struktura PCB.....   | 20 |
| 3.3   | Vlastnosti a využití PCB.....                                  | 21 |
| 3.4   | Toxické vlastnosti PCB a jejich vliv na lidský organizmus..... | 21 |
| 3.5   | Testované účinky PCB .....                                     | 22 |
| 3.6   | Výskyt polychlorovaných bifenyly v biosféře .....              | 23 |
| 4.    | Praktická část .....   | 24 |
| 4.1   | Experiment č.1 .....   | 24 |
| 4.1.1 | Cíl .....  | 24 |
| 4.1.2 | Postup .....   | 24 |
| 4.1.3 | Odběry vzorků a měření.....                                    | 26 |
| 4.1.4 | Výsledky.....  | 28 |
| 4.2   | Shrnutí experimentu č.1.....                                   | 31 |
| 4.3   | Experiment č.2.....  | 31 |
| 4.3.1 | Cíl .....  | 31 |
| 4.3.2 | Postup .....   | 31 |
| 4.3.3 | Odběry vzorků a měření.....                                    | 32 |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 4.4   | Výsledky .....   | 32 |
| 4.5   | Shrnutí experimentu č.2.....                               | 34 |
| 4.5.1 | Experiment č.3.....  | 35 |
| 4.5.2 | Cíl .....  | 35 |
| 4.5.3 | Postup .....   | 35 |
| 4.5.4 | Odběry vzorků a měření.....                                | 35 |
| 4.5.5 | Výsledky.....  | 37 |
| 4.6   | Shrnutí experimentu č. 3.....                              | 38 |
|       | Závěr.....   | 39 |
|       | Použitá literatura .....                                   | 40 |
|       | Přílohy .....  | 41 |
| A     | Protokoly k experimentu č.1 .....                          | 41 |
| A.1   | Přesné stanovení koncentrace $\text{Fe}^0$ ve vzorku ..... | 41 |
| A.2   | Odběr 1 den od nasazení .....                              | 42 |
| A.3   | Odběr 1 týden od nasazení .....                            | 43 |
| A.4   | Odběr 2 týdny od nasazení .....                            | 44 |
| A.5   | Odběr 3 týdny od nasazení .....                            | 45 |
| A.6   | Odběr 1 měsíc od nasazení .....                            | 46 |
| A.7   | Odběr 2 měsíce od nasazení .....                           | 47 |
| B     | Protokoly k experimentu č.2 .....                          | 48 |
| B.1   | Přesné stanovení koncentrace $\text{Fe}^0$ ve vzorku ..... | 48 |
| B.2   | Odběr 1 den od nasazení .....                              | 49 |
| B.3   | Odběr 2 týdny od nasazení .....                            | 51 |
| C     | Protokoly k experimentu č.3 .....                          | 54 |
| C.1   | Přesné stanovení koncentrace $\text{Fe}^0$ ve vzorku ..... | 54 |
| C.2   | Odběr 2 týdny po nasazení .....                            | 55 |



## Seznam použitých zkratk

|                 |   |
|-----------------|---|
| PCB             | – polychlorované bifenly                            |
| NZVI            | – nanočástice nulmocného železa                     |
| DCE             | – dichlorethylen                                    |
| PCA             | – pentachlorethan                                   |
| PCE             | – tetrachlorethylen                                 |
| TCE             | – trichlorethylen                                   |
| Fe <sup>0</sup> | – nulmocné železo                                   |
| Eh              | – redox potenciál                                   |
| pH              | – záporný log aktivity volných H <sup>+</sup> iontů |
| Pd              | – paladium  |
| Pt              | – platina   |
| Ni              | – nikl  |
| Ag              | – stříbro   |

# 1. Úvod

Tato bakalářská práce je součástí výzkumné činnosti, spočívající v hledání vhodných cest ke snižování kontaminace PCB v životním prostředí (podzemní a povrchové vody). Práce se zabývá metodou využívající specifických vlastností nanočástic nulmocného železa a především jeho schopnosti redukovat molekuly PCB.

Předpokládaným výsledkem tohoto výzkumu je zjištění koncentrace nanočástic nulmocného železa, účinné na dekontaminaci znečištěných vod. Laboratorní testy jsou prováděny na reálném kontaminovaném vzorku vody odebrané v Rožmitále pod Třemšínem, kde došlo v roce 1986 k ekologické havárii a následné kontaminaci okolních vod PCB. Laboratorní třepací testy a měření fyzikálně chemických parametrů bylo prováděno v laboratoři TUL, v pražské laboratoři firmy AQUATEST a.s, byly analyzovány obsahy PCB ve vzorcích.

V rámci této práce proběhly tři po sobě jdoucí experimenty. První experiment ukázal funkčnost metody., proto byly ve druhém experimentu zvýšeny koncentrace nanočástic  $\text{Fe}^0$ . Při druhém experimentu byl použit vzorek s malým počátečním množstvím PCB a nebyl proto dostatečně průkazný. Experiment byl tedy přerušen. Poté začal třetí experiment, již s více kontaminovaným vzorkem. Tento experiment stále ještě probíhá a tato práce obsahuje pouze jeho dílčí výsledky.

## 2. Nanotechnologie

„Nanotechnologie mohou výrazně zlepšit kvalitu životního prostředí a udržitelný rozvoj a to prostřednictvím prevence znečištění, novými technologiemi a účinnějšími metodami sanací.“<sup>1</sup>

Moderní slovo nanotechnologie popisuje použití materiálů či struktur o rozměrech většinou v mezích od 1 do 100 nm (od  $10^{-9}$  do  $10^{-7}$  m). I přesto, že se jedná o velmi moderní terminologii, i bez tohoto termínu se setkáváme s objekty této velikosti v běžném denním životě. Například běžné molekuly proteinů, viry, složité organické molekuly jako je například hemoglobin mají rozměry v řádu jednotek až stovek nanometrů. I v oblasti výzkumu ochrany životního prostředí se vyskytují přirozené nanostruktury – zvětrávání minerálů vede k produkci koloidních částic, které mají nanorozměry a putují podzemní vodou stejně jako bakterie a řasy. Migrace těchto látek a organismů může být důležitá pro transport, transformaci či biologickou dostupnost nebezpečných látek .

Pojem nanotechnologie však neznamena pouhé použití materiálů, které jsou zmenšeninou materiálů či struktur existujících v mili- či mikrorozměrech. Důležitější je, že tyto materiály a struktury dostávají díky svým rozměrům či uspořádání nové vlastnosti dané výraznou změnou fyzikálních, chemických či biologických vlastností. Toto vyplývá z faktu, že rozměry těchto částic jsou tak malé, že dokáží ovlivňovat, řídit či reagovat s okolním prostředím na úrovni jednotlivých atomů či molekul.

### 2.1 Členění nanomateriálů

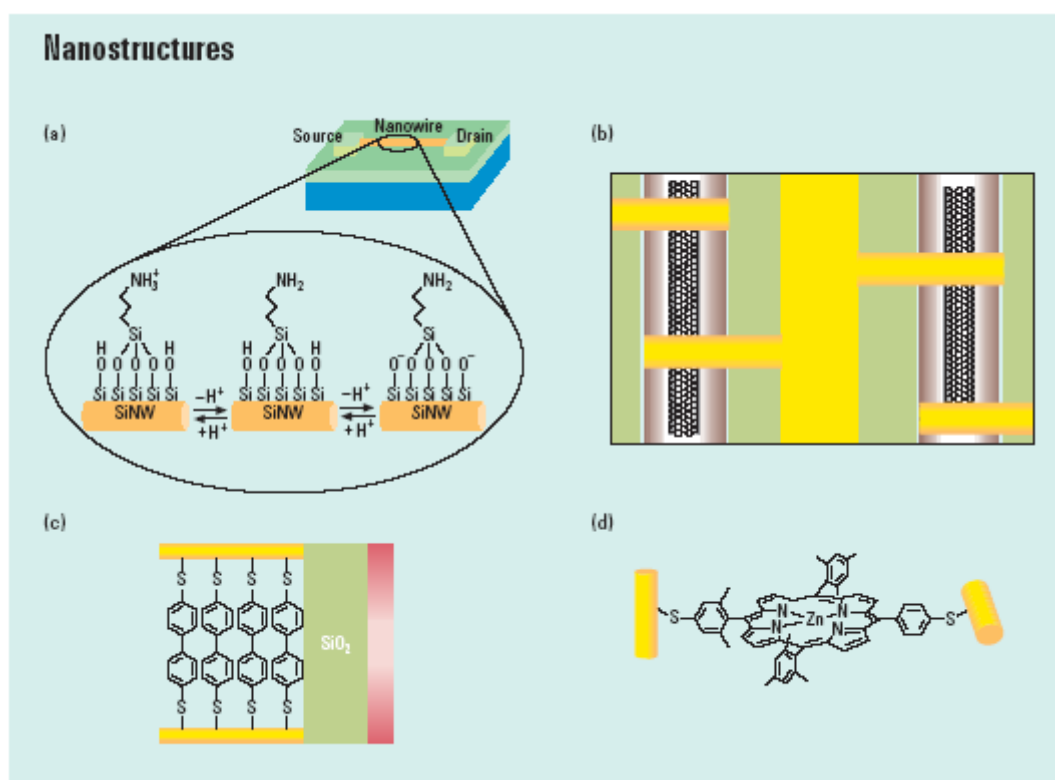
Obecně můžeme z pohledu použití nanomateriálů v životním prostředí mluvit o

- nanočásticích či nanokrystalech
- nanovrstvách
- nanotrubíčkách

---

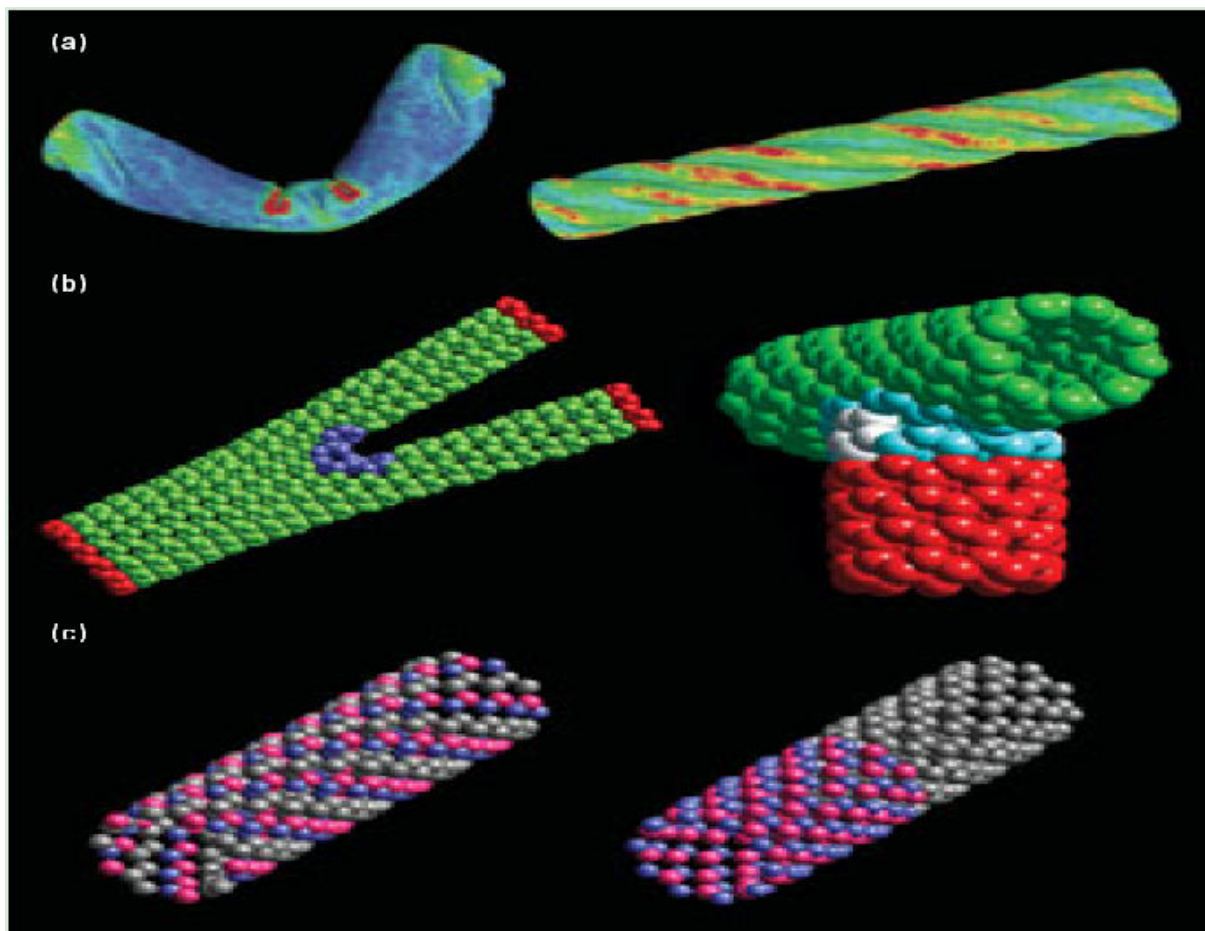
<sup>1</sup> Masciangioli, T., Zhang, W., *Environmental Technologies at the Nanoscale*. Environ. Sci. Technol., 2003

Nanočástice jsou struktury tvořené desítkami až tisíci atomy o výsledné velikosti pod 100 nm, jsou základní strukturou nanotechnologií. Nanovrstvy jsou vrstvy o tloušťce několika atomů nanosené na materiály větších rozměrů. Nanotrubičky, které objevil Sumio Iijima v roce 1991 poutaly vědce a inženýry svými zcela specifickými mechanickými, elektrickými a chemickými vlastnostmi. Z mechanického hlediska jsou pevnější než ocel, ale daleko flexibilnější a lehčí. Z elektrického hlediska mohou nahradit měď jako vodič či při drobných změnách ve struktuře křemen jako polovodič. Nanotrubičky také vedou teplo lépe než běžné materiály.



Obrázek 2-1

Na obrázku 2-1 jsou vidět nanostruktury (a) Křemíkové nanodráty, které zjišťují pH, (b) uhlíkové nanotrubičky, (c) malé organické molekuly a (d) biomolekuly jsou příklady materiálů, zařízení a okruhů nanostupnice, které by mohly být použity pro snímání znečištění, prevenci a léčení.



(a) Nanotrubičky jsou odolnější než ocel, ale velmi ohebné a lehké. Tyto výjimečné mechanické vlastnosti je dělají vhodnými jako „špičky“ pro zkoumání pod mikroskopy nebo uplatnění vláken pro materiály složené z polymeru z nanotrubiček. (b) V závislosti na stavbě, nanotrubičky se mohou chovat jako elektrické vodiče nebo polovodiče, které je dělají extrémně užitečné pro elektronické použití (v nanostupnici). Elektronické vlastnosti uhlíkových nanotrubiček jsou silně spojeny s mechanickými vlastnostmi a poskytují výbornou příležitost vyvíjet nové elektromechanické nanovynálezy. (c) Odchylky v složení nanotrubiček umožňují přenos elektronů v širokém rozmezí. Nanotrubičky mohou být také sestaveny z materiálů jako bor, uhlík a dusík, které mají podobnou strukturu jako ty, které obsahují jenom uhlík. Očekává se, že tyto heteroatomické nanotrubičky mají být izolační látky, na rozdíl od nanotrubiček uhlíku.

## 2.2 Typy nanočástic a jejich příprava

Metoda redukce za použití nanočástic elementárního železa z principu používání částice na bázi elementárního železa, ale z důvodů větší či menší reaktivity či pohyblivosti jsou používány NZVI částice ne čistým elementárním železem, ale jsou různými způsoby modifikovány. V literatuře lze najít tyto typy:

- jednoduché nanočástice elementárního železa o rozměrech okolo 80 nm většinou pokryté vrstvou oxidu železitého nebo magnetitu
- bimetalické nanočástice s přídavkem ušlechtlejšího kovu či nanočástice jiného kovu než železa: Fe/Pd, Al, Cu/Al, Pd/Zn, apod.
- povrchově upravené částice – přidání hydrofilních a hydrofobních polymerů
- emulsifikované nanočástice (patent NASA) založené na NZVI částicích emulgovaných ve směsi jedlého oleje, surfaktantů a vody

Z hlediska prezentovaných technologií jsou důležité první dva typy z těchto částic.

## 2.3 Monometalické částice Fe<sup>0</sup>

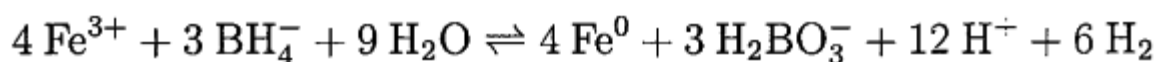
Nanočástice na bázi nulmocného železa Fe<sup>0</sup> byly poprvé syntetizovány na konci 90. let minulého století. Dnes existují prakticky dvě metody jejich přípravy a to:

- Mokrý způsob z borhydridu navržený prof. Zhangem
- Redukce z oxidů suchou cestou

Protože se obě metody liší nejen způsobem reakce, ale i výsledným charakterem a vlastnostmi NZVI částic, je zde podán stručný popis jejich přípravy oběma metodami.

### 2.3.1 Nanočástice typu Zhang:

Základní chemickou reakcí je smíchání roztoků 0,25M NaBH<sub>4</sub> a 0,045 M FeCl<sub>3</sub> podle následujícího vzorce:



Reakce probíhá při pokojové teplotě a sraženiny železa se objeví během asi 5 minut. Vzhledem ke stechiometrii reakce je NaBH<sub>4</sub> přidáno ve značném nadbytku (7,4 násobku stechiometrického poměru podle uvedené reakce). Podle autorů je tento nadbytek klíčovým faktorem pro rychlý a homogenní růst železných krystalů. Vysušené částice mají velikost obecně menší než 100 nm (většinou mezi 10 a 100nm) a specifický povrch okolo 35 m<sup>2</sup> / g.

### 2.3.2 Nanočástice typu TODA

Alternativní příprava je redukce nanočástic suchou cestou v reduktivní peci z prekursoru, kterým jsou oxidy železa. Tuto výrobu používá firma TODA, která je jedním z největších světových výrobců pigmentů (oxidů) do tiskových barev. Podrobnosti o výrobě nejsou známy, ale nanočástice se opět dodávají v roztoku. Vedle vody roztok obsahuje i blíže nespecifikované surfaktanty, které snižují reaktivitu NZVI částic ve vodě a silně omezují vývin vodíku.

## 2.4 Využití nanotechnologie v oblasti životního prostředí

Jak již bylo uvedeno výše, nanotechnologie a nanomateriály začínají v posledním období pronikat do různých odvětví lidské činnosti. Jejich použití může vést k úsporám energií, materiálů či prodloužení životnosti zařízení, což se kladně projeví na snížení zátěže životního prostředí. I když jsou v současnosti testovány v mnoha možných aplikacích, jejich rozšíření je omezeno vysokou výrobní cenou v řádu několika stovek dolarů za gram.

Soustředme se však na použití v oblasti ochrany životního prostředí, resp. sanací starých ekologických zátěží. Ve vyspělých zemích EU a USA se využití částic o nanorozměrech pro procesy čištění vody od organické či anorganické kontaminace přesouvá ze stádií testovacích projektů do fáze komerčního využití.

Z hlediska sanací podzemní vody a kontaminovaného horninového prostředí jsou velmi slibné metody založené na použití kovových částic (většinou nulmocného železa) povrchově pokrytých dalším kovem (Pd, Pt, Ni, Ag, atd.). Nanočástice tohoto typu jsou účinné pro sanace podzemní vody a kontaminované půdy od alifatických či aromatických uhlovodíků, chlorovaných uhlovodíků, některých karcinogenních látek, PCB a těžkých kovů. Výhodou těchto částic je velký měrný povrch a velká koncentrace aktivních center pro chemickou redukci jednoduchých i složitějších organických molekul.

Při aplikaci nanočástic do sanačních vrtů jich část ulpí na horninovém prostředí a část migruje s podzemní vodou a sanuje tak oblast ve směru proudění podzemní vody. Vedle možnosti velmi efektivní a rychlé sanace kontaminace IN-SUTU se tyto nové technologie jeví i relativně levné v porovnání s klasickými sanačními postupy.



## **2.5 Popis technologie sanace kontaminované podzemní vody**

Laboratorní experimenty provedené na konci 90.let minulého století ukázaly, že bimetalické částice (Pd/Fe, Pd/Zn apod.) mají velkou účinnost pro odstranění chlorovaných uhlovodíků z vodného prostředí. Například částice železa s malým přídavkem paladia jsou v laboratorních podmínkách schopny rozložit sloučeniny jako jsou PCE, TCE, 1,1-DCE, c-DCE, t-DCE na ethan během několika minut. Podobně kladné závěry vykazuje i použití podobných částic k odstranění PCB.

### **3. PCB (Polychlorované bifenyly)**

#### **3.1 Stručná charakteristika**

Polychlorované bifenyly (PCB), jsou velkou skupinou látek, odvozených od bifenyly (difenilu). Bifenyl je z hlediska organické chemie aromatický uhlovodík, v němž jsou dvě benzenová jádra přímo spojená jednoduchou vazbou.

PCB byly vyráběny od roku 1929 jako chemické látky pro průmyslové využití. Jsou to velice stabilní chlororganické látky. Téměř se nerozpouštějí ve vodě, zato se vážou na tuky. Používaly se do transformátorových a kondenzátorových olejů, do barev, plastifikátorů, ale třeba také na propisovací papíry a do inkoustů. Dokonce i do rtěnek. Poté, co byl zjištěn jejich negativní vliv na lidské zdraví, byla v roce 1984 zakázána jejich výroba i v tehdejší Československu (v Chemku Strážské na Slovensku). Do roku 1989 se ovšem ještě používaly jako surovina pro výrobu dalších produktů. Dodnes jsou přítomny především v transformátorech a kondenzátorech a jsou nejspíše nejproblematictější látkou v odpadech. Česká republika a Slovensko patří k zemím s největší zátěží PCB v Evropě.

PCB také vznikají podobně jako dioxiny jako nezamýšlené vedlejší produkty v řadě průmyslových výrob (například v hutnictví, při spalování odpadů, v chemické výrobě různých sloučenin chlóru a nebo ve spalovacích motorech automobilů při spalování olovnatého benzinu atd.). Nyní se PCB do životního prostředí dostávají například v důsledku požárů a úniků z uzavřených systémů (transformátorů, kondenzátorů a dalších), z barev či omítek s obsahem PCB, z úložišť odpadů s obsahem PCB, spalováním odpadů s obsahem PCB. Vyšší obsah PCB je často doprovázen přítomností polychlorovaných dibenzodioxinů a dibenzofuranů.

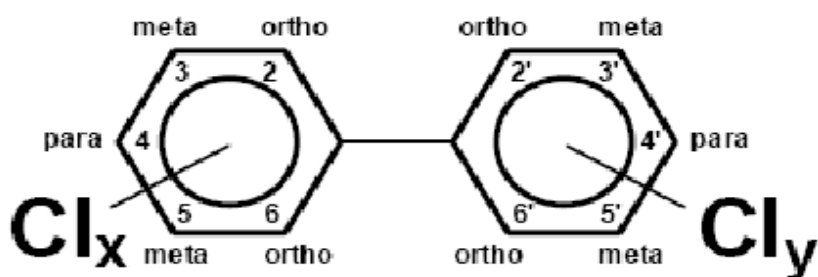
Rozpustnost PCB ve vodě je velmi nízká a klesá s rostoucím stupněm chlorace. To způsobuje, že ve vodním prostředí se PCB kumulují v říčních sedimentech, přičemž významně vyšší obsahy PCB jsou v bahenních typech sedimentů s vyšším podílem celkové organické hmoty než v sedimentech s převahou písčného podílu. V anaerobních podmínkách dnových sedimentů se PCB rozkládají jen velmi pomalu, (pozvolná fotochemická a biologická degradace s poločasy rozkladů v řádu roků).

### **3.2 Podrobnější charakteristika**

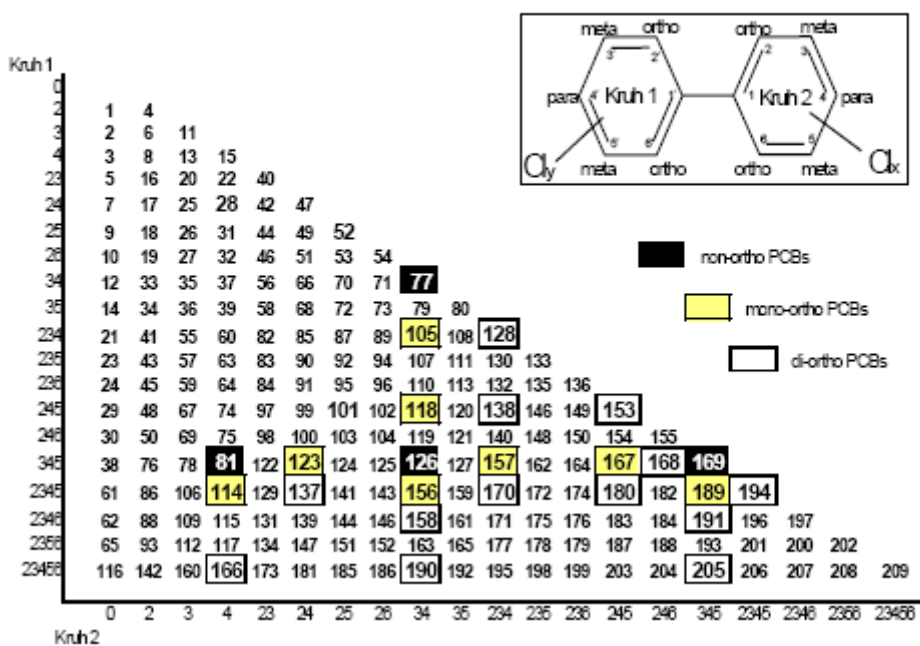
Jedná se o organické látky, u nichž jsou vodíkové atomy na bifenylovém skeletu nahrazeny v různé míře atomy chloru. Počet atomů chloru v molekule PCB může být v rozmezí 1-10 a podle různých poloh umístění těchto atomů tak může teoreticky existovat 209 izomerů (kongenerů). Při běžných výrobních postupech jsou pravděpodobné jen 102 izomery. V průmyslově vyráběných směsích PCB však převládaly pouze některé kongenery a jejich zastoupení často udávalo charakter, a tedy i použití daného výrobku na bázi PCB. Z 209 kongenerů PCB jich 12 vykazuje aktivitu podobnou dioxinům (non-ortho a mono-ortho PCB). Polychlorované bifenyly jsou směsí bifenylových molekul různě substituovaných atomy chlóru – některé atomy vodíku jsou nahrazeny atomy chlóru (obr.3-1). Možné kombinace atomů chloru (obr.3-2)

### 3.2.1 Struktura PCB

$C_{12}H_{10-(x+y)}Cl_{x+y}$  ( $x + y = 1$  až  $10$ )



Obrázek 3-1



Obrázek 3-2

### 3.3 Vlastnosti a využití PCB

Mezi nejdůležitější vlastnosti PCB patří:

- Termostabilita
- Nehořlavost a nevznětlivost
- Nekorozivost
- Malá těkavost
- Dobrá schopnost elektroizolace

Použití PCB v uzavřených systémech je následující: chladicí kapaliny v transformátorech, dielektrické kapaliny v kondenzátorech, teplotnosná media, ohnivzdorné a teplotnosné antikorozií hydraulické kapaliny v dŕlníích zaříceníích a vakuových pumpách, použití mazadel. Další využití PCB (v otevřených systémech) bylo: bezuhlíkový kopírovací papír, barvy, lepidla, impregnanční materiály, aditiva do cementů a omítek, materiály používané pro výrobu odlučovačů prachu, těsnící kapaliny, inhibitory hoření, imerzní oleje, pesticidy, laminátovací činidla, samolepící pásky anebo balící papír.

### 3.4 Toxické vlastnosti PCB a jejich vliv na lidský organizmus

Vzhledem k tomu, že informace o jejich toxických vlastnostech buď nebyly známy nebo byly podceňovány, nebylo masivní rozšíření PCB korigováno významnějšími ochrannými opatřeními zabráňujícími jejich průniku do životního prostředí. Toxický charakter PCB i ve velmi nízkých koncentracích byl definitivně prokázán až v 70. letech minulého století.

Bifenylly ve vyšších koncentracích ( $10 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$  vzduchu a více) působí u lidí na dýchací cesty a spojivky a mají též znatelný narkotický účinek. V plicích se zadržuje až 65 % vdechnutých par bifenylu. Vysoké koncentrace poškozují játra a nervový systém, je též podezření na karcinogenní účinky.

V koncentraci  $1 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$  vzduchu a vyšších se vstřebávají i neporušenou pokožkou a dostávají se lymfatickým a krevním oběhem do mízních uzlin a sleziny. Mění metabolismus jiných cizorodých látek i steroidů v organismu, způsobují imunosupresi, to znamená všeobecné snížení obranyschopnosti organismu a zvětšení sleziny. Podobně jako jiné chlorované uhlovodíky se polychlorované bifenyly ukládají v tukové tkáni člověka, kde se kumulují. Při koncentraci větší  $50 \text{ mg PCB kg}^{-1}$  tuku, nastaly změny na kůži a různé jiné klinické změny

PCB vyvolávají onemocnění jater, poruchy krevního oběhu, únavu, prodlužují těhotenství a způsobují reprodukční problémy. Smrtelné otravy zatím nebyly zaznamenány. I když karcinogenita PCB nebyla v plném rozsahu prokázána, je známa a potvrzena souvislost například s rakovinou tlustého střeva.

### **3.5 Testované účinky PCB**

Účinky polychlorovaných bifenyly byli pozorovány na různých místech Missouri kde byl záměrně rozptýlen odpadový olej znečištěný polychlorovanými bifenyly. Jeho účinky se sledovali u 82 osob pracujících s polychlorovanými bifenyly anebo žijících v uvedených oblastech a porovnávali se se vzorky kontrolní skupiny 40 osob z hlediska fyziologie, neurologie a dermatologie. Po vniknutí do organismu, mohou polychlorované bifenyly způsobit poškození jater v důsledku schopnosti indukovat jaterní mikrozomální enzymy (u osob profesionálně vystavěných účinkům polychlorovaných bifenyly). Podobným způsobem dále v organismu ovlivňují biochemické děje související s činností jaterních mikrozomálních enzymů, způsobují změny obsahu vitamínů A a E v játrech a představují i genetické riziko.

### 3.6 Výskyt polychlorovaných bifenyly v biosféře

Rozsah nebezpečí přítomnosti polychlorovaných bifenyly v biosféře lze zatím jen odhadnout. V každém případě jde o nesmírně závažnou záležitost a podrobné sledování koncentrace PCB v prostředí především ve vodách je bezodkladně nutné, aby bylo možno včas uskutečňovat potřebná preventivní rozhodnutí pro odvrácení tohoto nebezpečí, které potenciálně ohrožuje celé lidstvo.

Nejvážnějším důsledkem znečištění biosféry polychlorovanými bifenylemi je znečištění vody, tj. oceánů, moří, jezer, rybníků, vodních toků a spodní vody. Počítá se, že do vod se jich dostalo 15-20 % z dosud vyrobeného množství. Z rozličných bodových rozptýlených zdrojů znečištění se tyto látky dříve nebo později nebo později dostávají do hydrosféry.

Nejvíce zamořena byla řeka Hudson. Závody General Electric (výroba kondenzátorů) do ní vypouštěly před 35 lety u Hudson Falls Fort Edward použité PCB. I když likvidace PCB tímto způsobem byla dávno zastavena, státní orgány odhadují, že v říčním sedimentu leží dodnes 300 tun těchto sloučenin, což je pokládáno za největší koncentraci polychlorovaných bifenyly na světě.

## 4. Praktická část

Pro experiment byly používány skleněné zábrusové vzorkovnice o objemu 1 l, rotační třepačka Plunotech V3 s dobou zdržení 3 minuty, multimetry WTW na měření Eh (multi 350i) a naměření pH (multi 340i).

Pracovní suspenze nanočástic  $\text{Fe}^0$  byla připravena standardním způsobem naředěním z komerční suspenze TODA. Před použitím byla pracovní suspenze mixována v uzavřené nádobě za pomoci ručního mixéru a stálého přívodu argonu (pro zabránění oxidace  $\text{Fe}^0$  vzdušným kyslíkem). Suspenzi bylo nutné míchat cca 15 minut.

### 4.1 Experiment č.1

#### 4.1.1 Cíl

Zjištění potřebné koncentrace nanočástic nulmocného železa na dekontaminaci vzorku vody od PCB. Znázornění dosažených výsledků v grafické podobě.

#### 4.1.2 Postup

Vzorek vody kontaminované PCB pochází z oblasti Rožmitálu po Třemšínem. Nasazení experimentu proběhlo počátkem listopadu.

Protože k analýze PCB je třeba cca 1 l vzorku, byla pro každý odběr a každou zvolenou koncentraci železa připravena 1-litrová zábrusová vzorkovnice s přesně 1l kontaminované vody. Pracovní suspenze nanočástic  $\text{Fe}^0$  byla připravena standardním způsobem naředěním ze suspenze TODA. Před použitím byla pracovní suspenze mixována v uzavřené nádobě za pomoci ručního mixéru a stálého přívodu argonu (pro zabránění oxidace  $\text{Fe}^0$  vzdušným kyslíkem). Suspenzi bylo nutné míchat cca 15 minut.



Suspenze byla na pipetována do připravených vzorkovnic tak, aby koncentrace železa byla 1g/l, 0,5g/l a 0,2g/l. Pro poslední vzorkovnici byl určen slepý vzorek (tj. kontaminovaná voda bez suspenze  $\text{Fe}^0$ ). Vzorkovnice byly zaizolovány parafilmem a upevněny na rotační třepačku s dobou zdržení 3min (tj. doba bez rotace). (obr.4-1)



Obrázek 4-1

Do připravené 100ml PET-lahve byla na pipetováno stejné množství pracovní suspenze  $\text{Fe}^0$  jako do vzorků a poté odeslána na analýzu do laboratoří Aquatestu pro přesné stanovení koncentrace  $\text{Fe}^0$ . Výsledné hodnoty jsou zobrazeny v tab. 4-1. Výsledný protokol z laboratoří Aquatestu a.s. viz. příloha(A.1).

|                  |                 |
|------------------|-----------------|
| <b>Fe-0,2g/l</b> | <b>184 mg/l</b> |
| <b>Fe-0,5g/l</b> | <b>497 mg/l</b> |
| <b>Fe-1,0g/l</b> | <b>702 mg/l</b> |

Tabulka 4-1

### 4.1.3 Odběry vzorků a měření

Odběry probíhaly v časech: 1, 7, 14, 21, 68 dní od nasazení testu, vždy po 4 láhvích – slepý a s třemi různými koncentracemi železa (tab.4-2). Ze vzorků byly odfiltrovány nanočástice  $\text{Fe}^0$  přes Bücherovu nálevku se skleněným filtrem typ Z-4 (papírny Pernštejn) za pomoci tlaku způsobeného vodní vývěvou (obr.4-2).

|               | slepý vzorek | Fe 1g/l   | Fe 5g/l   | Fe 10g/l  |
|---------------|--------------|-----------|-----------|-----------|
| <b>1 den</b>  | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |
| <b>7 den</b>  | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |
| <b>14 den</b> | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |
| <b>21 den</b> | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |
| <b>72 den</b> | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |

Tabulka 4-2



Obrázek 4-2

Poté byl pomocí sond za neustálého míchání změřeno pH a Eh (redox potenciál) (obr.4-3). Pro přesná měření hodnot pH vodných roztoků bylo použito skleněné elektrody jako měrného členu. Redox potenciál vyjadřuje v milivoltech redukční stav systému. Reaktivita vytvořených nanočástic je velmi vysoká a částice ve vodě vykazují výrazné snížení redox potenciálu.



Obrázek 4-3

Po měření byly vzorky zaslány na expertizu do laboratoří Aquatest a.s. v Praze na důkladný rozbor obsahu PCB ve vzorku.

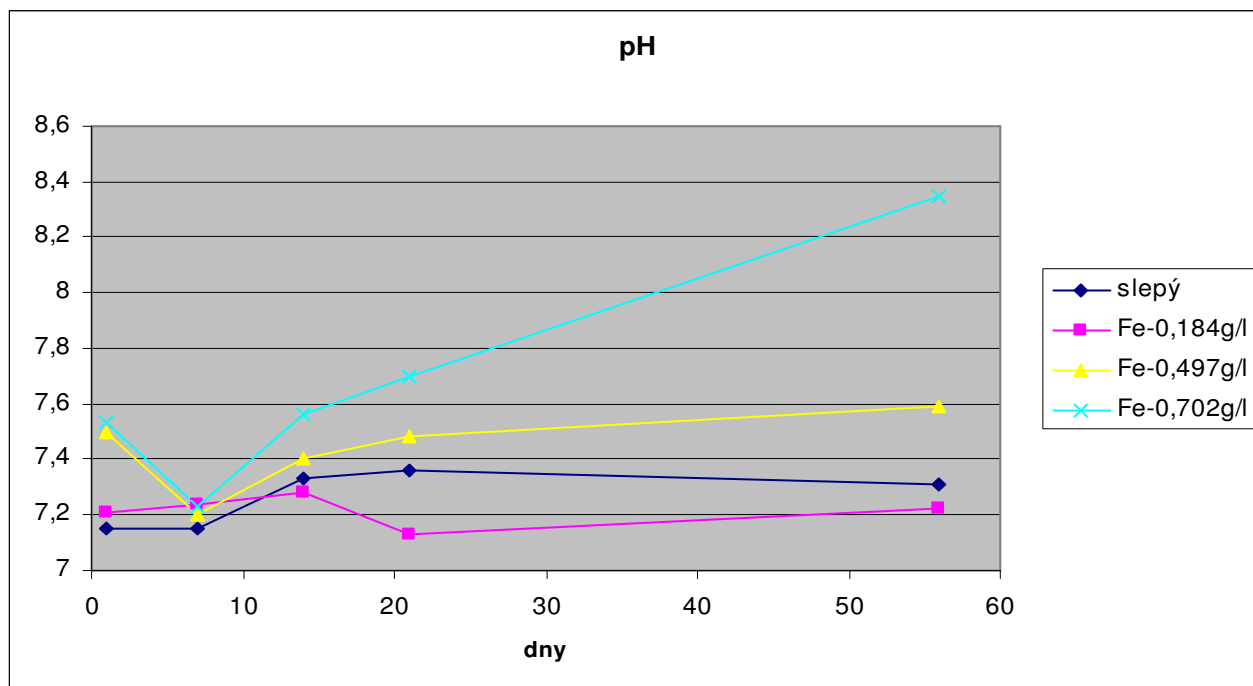
#### 4.1.4 Výsledky

- Fyzikálně chemické vlastnosti

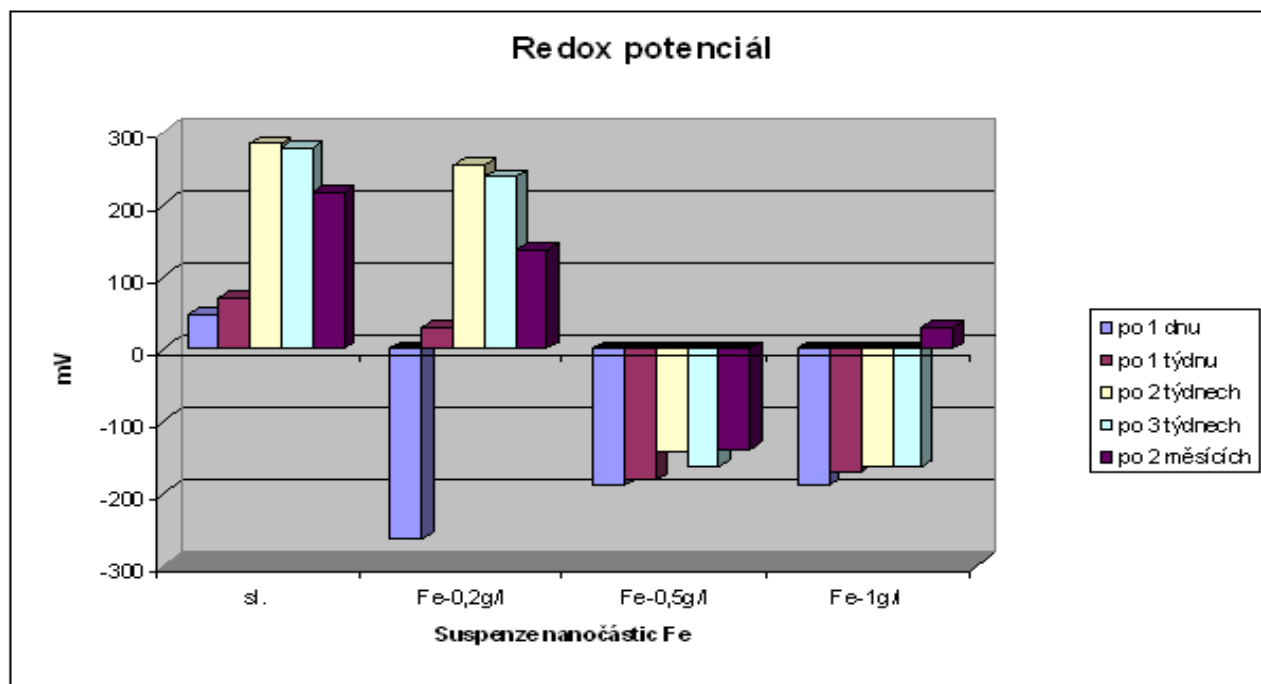
| Čas      | slepý vzorek |     | Fe - 0,184 g/l |      | Fe - 0,497 g/l |      | Fe - 0,702 g/l |      |
|----------|--------------|-----|----------------|------|----------------|------|----------------|------|
|          | pH           | Eh  | pH             | Eh   | pH             | Eh   | pH             | Eh   |
| 1 den    | 7,15         | 46  | 7,21           | -264 | 7,5            | -190 | 7,53           | -190 |
| 1 týden  | 7,15         | 70  | 7,24           | 30   | 7,2            | -183 | 7,23           | -183 |
| 2 týdny  | 7,33         | 283 | 7,28           | 253  | 7,4            | -145 | 7,56           | -145 |
| 3 týdny  | 7,36         | 277 | 7,13           | 238  | 7,48           | -165 | 7,7            | -165 |
| 2 měsíce | 7,31         | 215 | 7,22           | 136  | 7,59           | -139 | 8,35           | 30   |

Tabulka 4-3

Naměřené hodnoty jsou rozděleny podle jednotlivých odběrů. Vliv nanočástic se projeví ve vodě výrazným snížením redox potenciálu a zvýšením pH oproti slepému pokusu.



Obrázek 4-4



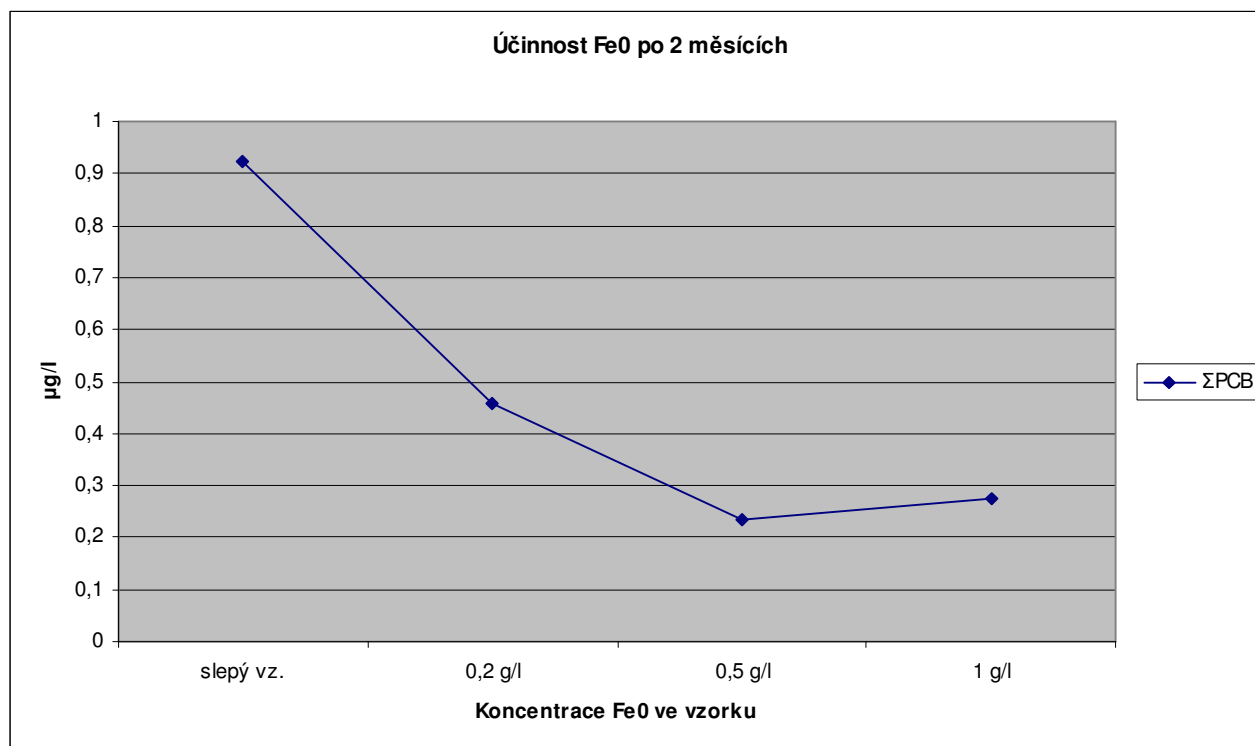
Obrázek 4-5

- **Analýzy PCB**

V laboratořích Aquatestu byl proveden rozbor indikátorových kongenerů: (28, 52, 101, 118, 138, 153 a 180). Kde součet jejich koncentrací se matematicky blíží celkovému obsahu PCB v dané matrici. Sumy s daty jednotlivých koncentrací PCB (tab.4-4). Výsledné protokoly z laboratoří Aquatestu a.s. viz.přílohy(A.2-A.7).

| Sumy kongenerů | slepý | Fe-0,2g/l | Fe-0,5g/l | Fe-1g/l |
|----------------|-------|-----------|-----------|---------|
| 1 den          | 0,812 | 0,445     | 0,31      | 0,244   |
| 1 týden        | 0,812 | 0,493     | 0,369     | 0,321   |
| 2 týdny        | 0,929 | 0,522     | 0,424     | 0,37    |
| 3 týdny        | 0,781 | 0,483     | 0,388     | 0,296   |
| 2 měsíce       | 0,923 | 0,457     | 0,234     | 0,275   |

Tabulka 4-4



Obrázek 4-6

## **4.2 Shrnutí experimentu č.1**

Z dosažených výsledků bylo zřejmé, že použitá metoda je účinná. Výsledky nevykazují změnu množství PCB v čase po dobu průběhu testu a pro zvolené koncentrace  $\text{Fe}^0$ . Proto byl naplánován experiment č.2 s plánem použít větší koncentrace  $\text{Fe}^0$  v delším sledovaném období.

## **4.3 Experiment č.2**

### **4.3.1 Cíl**

Na základě zjištění funkčnosti metody zjistit optimální koncentraci nulmocného železa.

### **4.3.2 Postup**

Nasazení experimentu proběhlo v únoru 2007. Na pokus bylo použito 12 zábrusných vzorkovnic, které obsahovaly po 1l kontaminované vody.

Pracovní suspenze  $\text{Fe}^0$  byla připravena čerstvá a to stejným postupem jako pro experiment č. 1.

Suspenze byla na pipetována do připravených vzorkovnic tak, aby výsledná koncentrace železa byla 1g/l, 5g/l, 10g/l a 20g/l. Pro poslední vzorkovnici byl určen slepý vzorek (tj.kontaminovaná voda bez suspenze  $\text{Fe}^0$ ). Vzorkovnice byla zaizolována parafilmem. Potom byla vzorkovnice upevněna na rotační třepačku s dobou zdržení 3min (tj.doba bez rotace).

### 4.3.3 Odběry vzorků a měření

Při nasazení tohoto experimentu jsme odeslali na rozbor do laboratoře Aquatestu 1l kontaminované vody, abychom zjistili počáteční obsah PCB ve vzorku. Při tomto odběru byl opět měřen redox potenciál a pH. Naměřené hodnoty jsou v tabulce (4-5). Počet rozdělení suspenze  $\text{Fe}^0$  a plán odběrů je znázorněn v tab.4-6. Výsledný protokol z laboratoří Aquatestu a.s. viz.příloha(B.1).

|           |      |     |
|-----------|------|-----|
| 2 týdny   | pH   | Eh  |
| Slepý vz. | 7,33 | 283 |
| Fe-5g/l   | 7,28 | 253 |

Tabulka 4-5

|               | slepý vzorek | Fe 1g/l   | Fe 5g/l   | Fe 10g/l  | Fe 20g/l  |
|---------------|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| <b>1 den</b>  | <b>1x</b>    | ---       | <b>1x</b> | ---       | ---       |
| <b>14 den</b> | <b>1x</b>    | ---       | <b>1x</b> | ---       | ---       |
| <b>35 den</b> | <b>1x</b>    | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> | <b>1x</b> |
| <b>56 den</b> | <b>1x</b>    | ---       | <b>1x</b> | <b>1x</b> | ---       |

Tabulka 4-6

## 4.4 Výsledky



Při nasazení experimentu č.2, jsme poslali 1l kontaminované vody, na rozbor do laboratoře Aquatestu, abychom zjistili kolik daný vzorek obsahuje PCB (tab.4-7) a 100ml na rozbor anionů a těžkých kovů viz.příloha(B.2).Z tabulky 5-1 je vidět, že  $\Sigma$ PCB je velmi nízká. V předchozím experimentu hodnoty PCB ve vzorku byli kolem 0,817.

|                      |          |                     |        |      |     |   |
|----------------------|----------|---------------------|--------|------|-----|---|
| PCB kong. 101        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | <0,005 | µg/l |     | A |
| PCB kong. 118        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | <0,005 | µg/l |     | A |
| PCB kong. 138        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | <0,005 | µg/l |     | A |
| PCB kong. 153        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | <0,005 | µg/l |     | A |
| PCB kong. 180        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | <0,005 | µg/l |     | A |
| PCB kong. 28         | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | 0,143  | µg/l | ±17 | A |
| PCB kong. 52         | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | 0,44   | µg/l | ±15 | A |
| PCB kongenery celkem | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | 0,187  | µg/l | ±17 | A |

Tabulka 4-7

Než dorazili výsledky z prvního odběru, proběhl ještě odběr po 14dnech od nasazení výsledná  $\Sigma$ PCB (tab.4-8). Kde součet jejich koncentrací se matematicky blíží celkovému obsahu PCB v dané matrici. Výsledky testů ukázaly opět velmi nízkou koncentraci PCB v původním vzorku. Protokol z laboratoře Aquatestu a.s. viz příloha(B.3).

|                      |      |           |           |
|----------------------|------|-----------|-----------|
| PCB kong. 28         | µg/l | 0,113 ±17 | 0,009 ±17 |
| PCB kong. 52         | µg/l | 0,033 ±15 | <0,005    |
| PCB kong. 101        | µg/l | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 118        | µg/l | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 138        | µg/l | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 153        | µg/l | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 180        | µg/l | <0,005    | <0,005    |
| PCB kongenery celkem | µg/l | 0,146 ±17 | 0,009 ±17 |

Tabulka 4-8

## 4.5 Shrnutí experimentu č.2

Vzhledem ke špatné průkaznosti účinnosti metody při nízké počáteční koncentraci PCB byl experiment přerušen a po dovezení nově odebrané vody z lokality byl za stejných podmínek nasazen experiment č.3.

### 4.5.1 Experiment č.3

### 4.5.2 Cíl

Z důvodu nízké počáteční koncentrace PCB ve vzorku v experimentu č.2 byl nasazen experiment č. 3 se stejným uspořádáním odběrů.

### 4.5.3 Postup

Nasazení experimentu proběhlo počátkem dubna 2007. Bylo připraveno 10 zábrusových vzorkovnic, které obsahovaly po 1l kontaminované vody.

Pracovní suspenze  $\text{Fe}^0$  byla připravena čerstvá a to stejným postupem jako pro experiment č. 1.

Suspenze byla napipetována do připravených vzorkovnic tak, aby výsledná koncentrace železa byla 1g/l, 5g/l, 10g/l. Pro poslední vzorkovnici byl určen slepý vzorek (tj.kontaminovaná voda bez suspenze  $\text{Fe}^0$ ). Vzorkovnice byla zaizolována parafilmem. Potom byla vzorkovnice upevněna na rotační třepačku s dobou zdržení 3 min (tj.doba bez rotace).

### 4.5.4 Odběry vzorků a měření

Při nasazení experimentu č.3, bylo posláno do laboratoře Aquatestu:

- 1l kontaminované vody na rozbor PCB ve vzorku
- 100ml PET – lahve byla na pipetováno stejné množství pracovní suspenze  $\text{Fe}^0$  jako do vzorků pro přesné stanovení koncentrace  $\text{Fe}^0$

Výsledné hodnoty přesných koncentrací  $\text{Fe}^0$  jsou zobrazeny v (tab.4-10). Výsledný protokol z laboratoří Aquatestu a.s. viz.příloha(C.1). Pro jeden 1g bylo použito 5ml pracovní suspenze.

|                               |                  |
|-------------------------------|------------------|
| <b>Fe 5ml/H<sub>2</sub>O</b>  | <b>1120 mg/l</b> |
| <b>Fe 10ml/H<sub>2</sub>O</b> | <b>2220 mg/l</b> |

Tabulka 4-9

Počet rozdělení suspenze  $\text{Fe}^0$  a plán odběrů je znázorněn v tabulce (4-9).

|                 | <b>Slepý vzorek</b> | <b>Fe 1g/l</b> | <b>Fe 5g/l</b> | <b>Fe 10g/l</b> |
|-----------------|---------------------|----------------|----------------|-----------------|
| <b>14 den</b>   | <b>1x</b>           | <b>1x</b>      | <b>1x</b>      | <b>----</b>     |
| <b>1 měsíc</b>  | <b>1x</b>           | <b>1x</b>      | <b>1x</b>      | <b>1x</b>       |
| <b>2 měsíce</b> | <b>1x</b>           | <b>1x</b>      | <b>1x</b>      | <b>----</b>     |

Tabulka 4-10

Odběry probíhaly v časech: 14 dnech, 1 a 2 měsících od nasazení testu, vždy po 4 láhvích – slepý a s třemi různými koncentracemi železa. Ze vzorků byly odfiltrovány nanočástice  $\text{Fe}^0$  přes Bücherovu nálevku se skleněným filtrem typ Z-4 (papírny Pernštejn) za pomoci tlaku způsobeného vodní vývěvou.

#### 4.5.5 Výsledky

- Fyzikálně chemické vlastnosti

| čas     | slepý vzorek |       | Fe - 1,120 g/l |         | Fe - 5,6 g/l |         | Fe - 11,20 g/l |       |
|---------|--------------|-------|----------------|---------|--------------|---------|----------------|-------|
|         | pH           | Eh    | pH             | Eh      | pH           | Eh      | pH             | Eh    |
| 14 dní  | 7,09         | 143,8 | 7,55           | - 146,9 | 7,78         | - 300,4 | ----           | ----  |
| 1 měsíc | 6,73         | 251   | 7,35           | 45      | 8,86         | - 352   | 9,16           | - 418 |

Tabulka 4-11

- Analýza PCB

V laboratořích Aquatestu byl proveden rozbor indikátorových kongenerů: (28, 52, 101, 118, 138, 153 a 180). V tomto experimentu byl použit vzorek, který obsahoval větší koncentrace PCB (tab.4-12).

| ukazatel        | jednotka | sl/l      | Fe 1g/l   | Fe 5g/l   |
|-----------------|----------|-----------|-----------|-----------|
| PCB kong. 28    | µg/l     | 1,98±17%  | 1,06±17%  | 0,203±17% |
| PCB kong. 52    | µg/l     | 0,43±15%  | 0,188±15% | 0,034±15% |
| PCB kong. 101   | µg/l     | 0,022±15% | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 118   | µg/l     | 0,007±15% | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 138   | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 153   | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 180   | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong.celkem | µg/l     | 2,44±17%  | 1,25±17%  | 0,237±17% |

Tabulka 4-12

Sumy s daty jednotlivých koncentrací PCB (tab. 4-13). Výsledné protokol z laboratoří Aquatestu a.s. viz.příloha(C.2). Výsledky z odběrů po 1 měsíci nebyly v době dokončování práce k dispozici.

| Sumy kongenerů | slepý | Fe - 1,120 g/l | Fe - 5,6 g/l | Fe - 11,20 g/l |
|----------------|-------|----------------|--------------|----------------|
| 14 den         | 2,44  | 1,25           | 0,237        | ----           |
| 1 měsíc        |       |                |              |                |

Tabulka 4-13

#### 4.6 Shrnutí experimentu č. 3

Podle výsledků s Aquatestu a.s. je opět vidět funkčnost metody, po nasazení nulmocného železa při koncentraci 1,120 g/l se kontaminace PCB snížila o 50% a při koncentraci 5.6 g/l až o 90%. Experiment stále ještě probíhá a tato práce obsahuje pouze jeho dílčí výsledky.

## Závěr

Cílem této práce bylo zjištění účinnosti zkoumané metody, spočívající ve využívání nanočástic nulmocného železa při odstraňování částic PCB z vody a poté hledání optimálních podmínek pro její využívání.

V rámci výzkumu proběhly tři po sobě jdoucí laboratorní experimenty. První experiment ukázal účinnost metody. Druhý experiment byl předčasně přerušen pro příliš nízké koncentrace PCB v dodaném vzorku vody. Tento jev byl nejspíš zapříčiněn materiálem přepravní nádoby, která absorbovala část molekul PCB. Poté byl nasazen třetí experiment, ve kterém byly prozatím z časových důvodů dosaženy pouze dílčí výsledky, které potvrzují, že čím je v roztoku větší koncentrace  $\text{Fe}^0$ , tím je účinnost odstranění PCB větší.

Dosud provedené experimenty prokazují kladné účinky nanočástic nulmocného železa na redukci kontaminace PCB. K určení optimálních aplikačních podmínek by bylo zapotřebí více laboratorních experimentů. Dále bylo by vhodné vyzkoušet tuto metodu i v přírodních podmínkách z důvodu ověření laboratorních výsledků.

Během laboratorních testů byla ověřena funkčnost této metody. Z důvodu velké časové náročnosti testů a především pro přerušení druhého experimentu (a tím následného časového posunu prací) nebylo pokročeno v nalezení optimálních podmínek reakce tak, aby bylo možné provést návrh pilotních testů na lokalitě.

Těm kteří budou v mé práci pokračovat, přeji hodně úspěchů a doufám, že výsledky předložené v této práci jim pomohou ke stanovení optimální koncentrace aplikovatelné v přírodě. Tato metoda by mohla ušetřit nemalé prostředky na odstranění starých ekologických zátěží a to nejen v ČR.

## Použitá literatura

- [1] Vébr, K., Kredl, F., *Polychlorované bifenyly v biosféře, zejména ve vodách a některých vodních organismech*. 1.vydání Praha: Academia, 1991. 72s. ISBN 80-200-0361-4
- [2] Matějů, V., *Kompendium sanačních technologií*. 1.vydání Chrudim: Vodní zdroje Ekomonitor spol. s.r.o., 2006. 280s. ISBN 80-86832-15-5
- [3] Masciangioli, T., Zhang, W., *Environmental Technologies at the Nanoscale*. Environ. Sci. Technol., 2003
- [4] *Budoucnost bez jedů – PCB*. <http://bezjedu.arnika.org/chemicka-latka.shtml?x=319920>  
[23.2.2007]



## Přílohy

### A Protokoly k experimentu č.1

#### A.1 Přesné stanovení koncentrace Fe<sup>0</sup> ve vzorku

## PROTOKOL O ZKOUSCE č. 6178/06

List č. 1/1

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr.Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Peterka

Datum analýzy : 16.11.06 -  
22.11.06

Protokol o zkoušce nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Všecká porovnání naměřených hodnot s hodnotami požadovanými jsou mimo rámec akreditace.

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Zkušební postupy označené symbolem " \* " nejsou akreditovány.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku<br>(m) | Hloub. | Železo<br>mg/l | Typ vzorku    | Datum Datum<br>odběru příjmu |
|-------------|------------------------|--------|----------------|---------------|------------------------------|
| 18090/06    | Fe-0,2g/l              |        | 184            | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06             |
| 18091/06    | Fe-0,5g/l              |        | 497            | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06             |
| 18092/06    | Fe-1,0g/l              |        | 702            | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06             |

#### Použití metody :

|        |                            |      |
|--------|----------------------------|------|
| Železo | SOP5.12.1/ČSN EN ISO 11885 | 10 % |
|--------|----------------------------|------|

Za laboratoře schválil :

J. Hůlová  
výstup výsledků

V Praze dne : 24.11.2006

## A.2 Odběr 1 den od nasazení

AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř

pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoři - tel.: 234 607 180, fax: 234 607 780

Příjem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

### PROTOKOL O ZKOUSKACH č. 6126/06

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr.Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Peterka

Datum analýzy : 16.11.06 - 20.11.06

| Č. vzorku | Označení vzorku : | Hloubka (m) | Typ vzorku    | Dat. odběru | Dat. příjmu |
|-----------|-------------------|-------------|---------------|-------------|-------------|
| 18086/06  | sl/l              |             | atyp.vz.-kap. | 09.11.06    | 16.11.06    |
| 18087/06  | Fe 0,2g/l         |             | atyp.vz.-kap. | 09.11.06    | 16.11.06    |
| 18088/06  | Fe 0,5/l          |             | atyp.vz.-kap. | 09.11.06    | 16.11.06    |
| 18089/06  | Fe 1,0/l          |             | atyp.vz.-kap. | 09.11.06    | 16.11.06    |

|                    |      | sl/l   | Fe 0,2g/l | Fe 0,5/l | Fe 1,0/l |
|--------------------|------|--------|-----------|----------|----------|
| PCB kongener č.28  | µg/l | 0.633  | 0.36      | 0.256    | 0.203    |
| PCB kongener č.52  | µg/l | 0.152  | 0.078     | 0.054    | 0.041    |
| PCB kongener č.101 | µg/l | 0.015  | 0.007     | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.118 | µg/l | 0.012  | <0.005    | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.138 | µg/l | <0.005 | <0.005    | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.153 | µg/l | <0.005 | <0.005    | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.180 | µg/l | <0.005 | <0.005    | <0.005   | <0.005   |
| PCB suma kongen.   | µg/l | 0.812  | 0.445     | 0.31     | 0.244    |

#### Použití metody

| Parametr           | Metoda                 |      | Parametr           | Metoda                 | Nej. |
|--------------------|------------------------|------|--------------------|------------------------|------|
| PCB kongener č.28  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 17 % | PCB kongener č.138 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 16 % |
| PCB kongener č.52  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.153 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.101 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.180 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.118 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB suma kongen.   | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 20 % |

Nej. - nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

Za laboratoře schválil : J. Hůlová

V Praze dne : 22.11.2006

## A.3 Odběr 1 týden od nasazení

AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř

pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoří - tel.: 234 607 180, fax: 234 607 780

Příjem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

## PROTOKOL O ZKOUSKÁCH č. 6151/06

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr.Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Peterka

Datum analýzy : 16.11.06 - 20.11.06

| Č. vzorku | Označení vzorku : | Hloubka (m) | Typ vzorku    | Dat. odběru | Dat. příjmu |
|-----------|-------------------|-------------|---------------|-------------|-------------|
| 18082/06  | sl/2              |             | atyp.vz.-kap. | 15.11.06    | 16.11.06    |
| 18083/06  | Fe 0,2g/2         |             | atyp.vz.-kap. | 15.11.06    | 16.11.06    |
| 18084/06  | Fe 0,5g/2         |             | atyp.vz.-kap. | 15.11.06    | 16.11.06    |
| 18085/06  | Fe 1g/2           |             | atyp.vz.-kap. | 15.11.06    | 16.11.06    |

|                    |      | sl/2   | Fe 0,2g/2 | Fe 0,5g/2 | Fe 1g/2 |
|--------------------|------|--------|-----------|-----------|---------|
| PCB kongener č.28  | µg/l | 0.637  | 0.37      | 0.297     | 0.267   |
| PCB kongener č.52  | µg/l | 0.15   | 0.082     | 0.065     | 0.054   |
| PCB kongener č.101 | µg/l | 0.014  | 0.008     | 0.007     | <0.005  |
| PCB kongener č.118 | µg/l | 0.011  | 0.009     | <0.005    | <0.005  |
| PCB kongener č.138 | µg/l | <0.005 | 0.009     | <0.005    | <0.005  |
| PCB kongener č.153 | µg/l | <0.005 | 0.006     | <0.005    | <0.005  |
| PCB kongener č.180 | µg/l | <0.005 | 0.009     | <0.005    | <0.005  |
| PCB suma kongen.   | µg/l | 0.812  | 0.493     | 0.369     | 0.321   |

### Použití metody

| Parametr           | Metoda                 |      | Parametr           | Metoda                 | Nej. |
|--------------------|------------------------|------|--------------------|------------------------|------|
| PCB kongener č.28  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 17 % | PCB kongener č.138 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 16 % |
| PCB kongener č.52  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.153 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.101 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.180 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.118 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB suma kongen.   | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 20 % |

Nej. - nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat

skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

Za laboratoře schválil : J. Hůlová

V Praze dne : 23.11.2006

## A.4 Odběr 2 týdny od nasazení

### PROTOKOL O ZKOUSCE č. 6178/06

List č. :1/1

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr.Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Peterka

Datum analýzy : 16.11.06 -  
22.11.06

Protokol o zkoušce nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.  
Veškerá porovnání naměřených hodnot s hodnotami požadovanými jsou mimo rámec akreditace.  
Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.  
Zkušební postupy označené symbolem " \* " nejsou akreditovány.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku | Hloub. | Železo | Typ vzorku    | Datum Datum      |
|-------------|-----------------|--------|--------|---------------|------------------|
|             | (m)             |        | mg/l   |               | odběru příjmu    |
| 18090/06    | Fe-0,2g/l       |        | 184    | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06 |
| 18091/06    | Fe-0,5g/l       |        | 497    | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06 |
| 18092/06    | Fe-1,0g/l       |        | 702    | atyp.vz.-kap. | 08.11.0616.11.06 |

#### Použití metody :

|        |                            |      |
|--------|----------------------------|------|
| Železo | SOP5.12.1/ČSN EN ISO 11885 | 10 % |
|--------|----------------------------|------|

Nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95 %.

| Informace, které mají vztah k určité zkoušce nebo údaje o odchylkách ze zkušebních specifikací : |  |
|--|--|
| Fe   | Stanovení bylo provedeno v ředěném vzorku ( rušivé vlivy). |
|  |  |
|  |  |

Za laboratoře schválil :

J. Hůlová  
výstup výsledků

V Praze dne : 24.11.2006

## A.5 Odběr 3 týdny od nasazení

AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř

pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoři - tel.: 234 607 180, fax: 234 607 780

Příjem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

### PROTOKOL O ZKOUSKÁCH č. 6296/06

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr.Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Peterka

Datum analýzy : 27.11.06 - 30.11.06

| Č. vzorku | Označení vzorku : | Hloubka (m) | Typ vzorku    | Dat. odběru | Dat. příjmu |
|-----------|-------------------|-------------|---------------|-------------|-------------|
| 18929/06  | PCB-sL-23.11.     |             | atyp.vz.-kap. | 23.11.06    | 27.11.06    |
| 18930/06  | PCB-0,2g-23.11.   |             | atyp.vz.-kap. | 23.11.06    | 27.11.06    |
| 18931/06  | PCB-0,5g-23.11.   |             | atyp.vz.-kap. | 23.11.06    | 27.11.06    |
| 18932/06  | PCB-1,0g-23.11.   |             | atyp.vz.-kap. | 23.11.06    | 27.11.06    |

|                    |      | PCB-sL | PCB-0,2g | PCB-0,5g | PCB-1,0g |
|--------------------|------|--------|----------|----------|----------|
| PCB kongener č.28  | µg/l | 0.741  | 0.431    | 0.352    | 0.315    |
| PCB kongener č.52  | µg/l | 0.177  | 0.091    | 0.072    | 0.055    |
| PCB kongener č.101 | µg/l | 0.009  | <0.005   | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.118 | µg/l | <0.005 | <0.005   | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.138 | µg/l | <0.005 | <0.005   | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.153 | µg/l | <0.005 | <0.005   | <0.005   | <0.005   |
| PCB kongener č.180 | µg/l | <0.005 | <0.005   | <0.005   | <0.005   |
| PCB suma kongen.   | µg/l | 0.929  | 0.522    | 0.424    | 0.37     |

#### Použití metody

| Parametr           | Metoda                 |      | Parametr           | Metoda                 | Nej. |
|--------------------|------------------------|------|--------------------|------------------------|------|
| PCB kongener č.28  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 17 % | PCB kongener č.138 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 16 % |
| PCB kongener č.52  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.153 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.101 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.180 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.118 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB suma kongen.   | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 20 % |

Nej. - nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

Za laboratoře schválil : J. Hůlová

V Praze dne : 30.11.2006

## A.6 Odběr 1 měsíc od nasazení

AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř

pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoři - tel.: 234 607 180, fax: 234 607 780

Přijem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

### PROTOKOL O ZKOUSKÁCH č. 6655/06

Objednatel : D-Nanotechnologie

D-Nanotechnologie

Odp. osoba : RNDr. Kvapil P.

Název akce : D-nanotechnologie

Číslo akce : 668068401018

Lokalita :

Odebral : Rejman

Datum analýzy : 05.12.06 - 08.12.06

| Č. vzorku | Označení vzorku : | Hloubka (m) | Typ vzorku    | Dat. odběru      | Dat. příjmu |
|-----------|-------------------|-------------|---------------|------------------|-------------|
| 19487/06  | sl/4              |             | atyp.vz.-kap. | 29.11.0605.12.06 |             |
| 19488/06  | Fe 0,2g /4        |             | atyp.vz.-kap. | 29.11.0605.12.06 |             |
| 19489/06  | Fe 0,5g /4        |             | atyp.vz.-kap. | 29.11.0605.12.06 |             |
| 19490/06  | Fe 1g /4          |             | atyp.vz.-kap. | 29.11.0605.12.06 |             |

|                    |      | sl/4   | Fe 0,2g /4 | Fe 0,5g /4 | Fe 1g /4 |
|--------------------|------|--------|------------|------------|----------|
| PCB kongener č.28  | µg/l | 0.624  | 0.403      | 0.325      | 0.253    |
| PCB kongener č.52  | µg/l | 0.147  | 0.08       | 0.063      | 0.043    |
| PCB kongener č.101 | µg/l | 0.01   | <0.005     | <0.005     | <0.005   |
| PCB kongener č.118 | µg/l | <0.005 | <0.005     | <0.005     | <0.005   |
| PCB kongener č.138 | µg/l | <0.005 | <0.005     | <0.005     | <0.005   |
| PCB kongener č.153 | µg/l | <0.005 | <0.005     | <0.005     | <0.005   |
| PCB kongener č.180 | µg/l | <0.005 | <0.005     | <0.005     | <0.005   |
| PCB suma kongen.   | µg/l | 0.781  | 0.483      | 0.388      | 0.296    |

#### Použití metody

| Parametr           | Metoda                 |      | Parametr           | Metoda                 | Nej. |
|--------------------|------------------------|------|--------------------|------------------------|------|
| PCB kongener č.28  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 17 % | PCB kongener č.138 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 16 % |
| PCB kongener č.52  | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.153 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.101 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB kongener č.180 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % |
| PCB kongener č.118 | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 15 % | PCB suma kongen.   | SOP7.1.1/EPA 505, 8082 | 20 % |

Nej. - nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

Za laboratoře schválil : J. Hůlová

V Praze dne : 08.12.2006

## A.7 Odběr 2 měsíce od nasazení

### PROTOKOL O ZKOUSKÁCH č. 463/07

**Objednatel :** AQUATEST a.s. Liberec  
**Odp. osoba :** Kvapil RNDr.  
**Název akce :** D-nanotechnologie  
**Číslo akce :** 668068401018  
**Lokalita :**  
**Odebral :** Peterka  
**Datum analýzy :** 19.01.07 - 30.01.07

AQUATEST a.s. Liberec

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Protokol o zkouškách nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku | Hloub. (m) | Typ vzorku     | Datum odběru | Datum příjmu |
|-------------|-----------------|------------|----------------|--------------|--------------|
| 2054/07     | sl/4            |            | kapalný vzorek | 03.01.07     | 19.01.07     |
| 2055/07     | Fe 0,2g/4       |            | kapalný vzorek | 03.01.07     | 19.01.07     |
| 2056/07     | Fe 0,5g/4       |            | kapalný vzorek | 03.01.07     | 19.01.07     |
| 2057/07     | Fe 1g/4         |            | kapalný vzorek | 03.01.07     | 19.01.07     |

| Ukazatel             | Jednotka | sl/4     | Fe 0,2g/4 | Fe 0,5g/4 | Fe 1g/4  |
|----------------------|----------|----------|-----------|-----------|----------|
| PCB kong. 28         | µg/l     | 0,725±17 | 0,38±17   | 0,189±17  | 0,233±17 |
| PCB kong. 52         | µg/l     | 0,184±15 | 0,077±15  | 0,045±15  | 0,042±15 |
| PCB kong. 101        | µg/l     | 0,007±15 | <0,005    | <0,005    | <0,005   |
| PCB kong. 118        | µg/l     | 0,007±15 | <0,005    | <0,005    | <0,005   |
| PCB kong. 138        | µg/l     | <0,005   | <0,005    | <0,005    | <0,005   |
| PCB kong. 153        | µg/l     | <0,005   | <0,005    | <0,005    | <0,005   |
| PCB kong. 180        | µg/l     | <0,005   | <0,005    | <0,005    | <0,005   |
| PCB kongenery celkem | µg/l     | 0,923±17 | 0,457±17  | 0,234±17  | 0,275±17 |

|                      |          |                     |   |
|----------------------|----------|---------------------|---|
| PCB kong. 28         | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 52         | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 101        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 118        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 138        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 153        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kong. 180        | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |
| PCB kongenery celkem | SOP7.1.1 | EPA Method 505,8082 | A |

Nejistota (%) je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

**Za laboratoře schválil :** J. Hůlová

**V Praze dne :** 02.02.2007

## B Protokoly k experimentu č.2

### B.1 Přesné stanovení koncentrace Fe<sup>0</sup> ve vzorku

#### PROTOKOL O ZKOUSKÁCH č. 2056/07

List č. 1

**Objednatel :** AQUATEST a.s. Liberec  
**Odp. osoba :** Kvapil RNDr.  
**Název akce :** D-nanotechnologie  
**Číslo akce :** 668068401051  
**Lokalita :**  
**Odebral :** Peterka  
**Datum analýzy :** 16.04.07 - 19.04.07

AQUATEST a.s. Liberec

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Protokol o zkouškách nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku          | Hloub .<br>(m) | Železo<br>mg/l | Typ vzorku     | Datum<br>odběru | Datum<br>příjmu |
|-------------|--------------------------|----------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 6427/07     | Fe 5ml/H <sub>2</sub> O  |                | 1120           | kapalný vzorek | 04.04.07        | 16.04.07        |
| 6428/07     | Fe 10ml/H <sub>2</sub> O |                | 2220           | kapalný vzorek | 04.04.07        | 16.04.07        |

#### Použité metody:

| Název ukazatele | SOP        | Metoda           | Nejist. | A/N |
|-----------------|------------|------------------|---------|-----|
| Železo          | SOP 5.12.1 | ČSN EN ISO 11885 | ±1.5%   | A   |

Nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%. Tato nejistota nezahrnuje nejistotu odběru vzorků.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

**Za laboratoře schválil :** J. Hůlová

**V Praze dne :** 23.04.2007



## B.2 Odběr 1 den od nasazení



AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř  
pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoři - tel.: 234 607 180, fax.: 234 607 710

Příjem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax.: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

## PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 1148/07

List č. 1/2

Objednatel : AQUATEST a.s. Liberec  
Odp. osoba : Kvapil RNDr.  
Název akce : D-nanotechnologie  
Číslo akce : 668068401018  
Lokalita :  
Odebral : Peterka  
Vzorek : původní vzorek  
Laboratorní číslo : 4063/07  
Hloubka (m): neuvedeno  
Materiál : kapalný vzorek

AQUATEST a.s. Liberec

Datum odběru : 20.02.07

Datum příjmu : 28.02.07

Datum analýzy : 28.02.07 - 05.03.07

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Protokol o zkouškách nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Název ukazatele         | SOP        | Metoda            | Výsledek | Jednotka | Nejist. | A/N |
|-------------------------|------------|-------------------|----------|----------|---------|-----|
| Amonné ionty            | SOP1.8.1   | ČSN ISO 7150-1    | 0,13     | mg/l     | ±12     | A   |
| Antimon                 | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | <0,020   | mg/l     |         | A   |
| Arsen                   | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | <0,010   | mg/l     |         | A   |
| Barva                   |            | vizuálně          | bez      |          |         | N   |
| Baryum                  | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | 0,067    | mg/l     | ±15     | A   |
| Berylium                | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | <0,0050  | mg/l     |         | A   |
| Oxid uhličitý agresivní | výpočet    | ČSN 75 7373       | 0        | mg/l     |         | N   |
| CO <sub>2</sub> volný   | výpočet    | ČSN 75 7373       | 37,8     | mg/l     |         | N   |
| Draslík                 | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885  | 6,0      | mg/l     | ±15     | A   |
| Dusičnany               | SOP1.1.2   | ČSN EN ISO 10304  | 0,54     | mg/l     | ±15     | A   |
| Dusitany                | SOP1.1.2   | ČSN EN ISO 10304  | <0,10    | mg/l     |         | A   |
| Fluoridy                | SOP1.1.3   | ČSN EN ISO 10304  | <0,50    | mg/l     |         | A   |
| Fosforečnany            | SOP1.12.2  | ČSN EN ISO 6878   | <0,05    | mg/l     |         | A   |
| Hliník                  | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | 0,058    | mg/l     | ±10     | A   |
| Hořčík                  | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885  | 30,8     | mg/l     | ±10     | A   |
| Hydrogenuhličitany      | SOP1.13.1  | ČSN EN ISO 9963-1 | 509      | mg/l     | ±5      | A   |
| Chloridy                | SOP1.1.3   | ČSN EN ISO 10304  | 34,3     | mg/l     | ±8      | A   |
| Chrom                   | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885  | <0,005   | mg/l     |         | A   |

# PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 1148/07

List č. 2/2

| Název ukazatele      | SOP        | Metoda              | Výsledek | Jednotka | Nejist. | A/N |
|----------------------|------------|---------------------|----------|----------|---------|-----|
| CHSK-Cr              | SOP3.1.1   | TNV 75 7520         | 26       | mg/l     | ±10     | A   |
| Kadmium              | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,003   | mg/l     |         | A   |
| KNK-4,5              | SOP1.13.1  | ČSN EN ISO 9963-1   | 8,35     | mmol/l   | ±5      | A   |
| Kobalt               | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,010   | mg/l     |         | A   |
| Konduktivita         | SOP1.7.1   | ČSN EN 27888        | 109      | mS/m     | ±2      | A   |
| Mangan               | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | 4,44     | mg/l     | ±10     | A   |
| Měď                  | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,010   | mg/l     |         | A   |
| Molybden             | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,020   | mg/l     |         | A   |
| Nikl                 | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | 0,008    | mg/l     | ±15     | A   |
| Olovo                | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,010   | mg/l     |         | A   |
| Oxid křemičitý       | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885    | 13,6     | mg/l     | ±15     | A   |
| Pach                 | SOP1.23.1  | senzoricky          | bez      |          |         | N   |
| PCB kong. 101        | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | <0,005   | µg/l     |         | A   |
| PCB kong. 118        | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | <0,005   | µg/l     |         | A   |
| PCB kong. 138        | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | <0,005   | µg/l     |         | A   |
| PCB kong. 153        | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | <0,005   | µg/l     |         | A   |
| PCB kong. 180        | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | <0,005   | µg/l     |         | A   |
| PCB kong. 28         | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | 0,143    | µg/l     | ±17     | A   |
| PCB kong. 52         | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | 0,44     | µg/l     | ±15     | A   |
| PCB kongenery celkem | SOP7.1.1   | EPA Method 505.8082 | 0,187    | µg/l     | ±17     | A   |
| pH                   | SOP1.3.1   | ČSN ISO 10523       | 7,44     |          | ±0,2    | A   |
| Sediment             |            | vizuálně            | bez      |          |         | N   |
| Selen                | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | 0,021    | mg/l     | ±15     | A   |
| Síraný               | SOP1.1.3   | ČSN EN ISO 10304    | 178      | mg/l     | ±8      | A   |
| Sodík                | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885    | 31,2     | mg/l     | ±15     | A   |
| Thalium              | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,020   | mg/l     |         | A   |
| Uhličitany           | výpočet    | ČSN 75 7373         | 0        | mg/l     |         | N   |
| Vanad                | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | <0,010   | mg/l     |         | A   |
| Vápník               | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885    | 144      | mg/l     | ±15     | A   |
| Vápník a hořčík      | SOP5.12.1  | ČSN EN ISO 11885    | 4,86     | mmol/l   | ±15     | A   |
| Zinek                | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | 0,060    | mg/l     | ±15     | A   |
| ZNK-8,3              | SOP1.14.1  | ČSN 75 7372         | 0,86     | mmol/l   | ±20     | A   |
| Železo               | SOP5.13.1. | ČSN EN ISO 11885    | 2,14     | mg/l     | ±10     | A   |

Nejistota (%) je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

Za laboratoře schválil :

J. Hůlová  
výstup výsledků

V Praze dne : 09.03.2007

### B.3 Odběr 2 týdny od nasazení



AQUATEST a.s.

AQUATEST - akreditovaná zkušební laboratoř

pracoviště Geologická 4, 152 00 Praha 5

Ved. laboratoři - tel.: 234 607 180, fax.: 234 607 710

Příjem vzorků - tel.: 234 607 422

Výdej výsledků - tel.: 234 607 321, fax.: 234 607 781

Laboratoř akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s. pod č. 1243.

## PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 1489/07

List č. 1/3

Objednatel : AQUATEST a.s. Liberec  
Odp. osoba : Kvapil RNDr.  
Název akce : D-nanotechnologie  
Číslo akce : 668068401051  
Lokalita :  
Odebral : Peterka  
Datum analýzy : 15.03.07 - 26.03.07

AQUATEST a.s. Liberec

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Protokol o zkouškách nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku | Hloub.<br>(m) | Typ vzorku     | Datum<br>odběru | Datum<br>příjmu |
|-------------|-----------------|---------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 4706/07     | sl/1            |               | kapalný vzorek | 08.03.07        | 15.03.07        |
| 4707/07     | Fe 5g/l/1       |               | kapalný vzorek | 08.03.07        | 15.03.07        |

# PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 1489/07

List č. 2/3

| Ukazatel             | Jednotka | sl/l           | Fe 5g/l/l      |
|----------------------|----------|----------------|----------------|
|                      |          | <i>Nejist.</i> | <i>Nejist.</i> |
| Antimon              | mg/l     | 0,003          | <0,001         |
| Arsen                | mg/l     | 0,0023         | <0,0005        |
| Baryum               | mg/l     | 0,045          | 0,011          |
| Berylium             | mg/l     | 0,00003        | 0,00002        |
| Hliník               | mg/l     | 0,077          | <0,010         |
| Chrom                | mg/l     | <0,0005        | <0,0005        |
| Kadmium              | mg/l     | 0,00024        | <0,00005       |
| Kobalt               | mg/l     | 0,0035         | <0,0005        |
| Mangan               | mg/l     | 4,40           | 0,020          |
| Měď                  | mg/l     | 0,0096         | 0,0017         |
| Molybden             | mg/l     | 0,0047         | 0,0011         |
| Nikl                 | mg/l     | 0,014          | 0,0023         |
| Olovo                | mg/l     | <0,0005        | <0,0005        |
| Selen                | mg/l     | <0,0005        | <0,0005        |
| Thalium              | mg/l     | <0,0005        | <0,0005        |
| Vanad                | mg/l     | <0,0005        | <0,0005        |
| Zinek                | mg/l     | 0,100          | 0,026          |
| Železo               | mg/l     | 0,04           | 2,80           |
| PCB kong. 28         | µg/l     | 0,113 ±17      | 0,009 ±17      |
| PCB kong. 52         | µg/l     | 0,033 ±15      | <0,005         |
| PCB kong. 101        | µg/l     | <0,005         | <0,005         |
| PCB kong. 118        | µg/l     | <0,005         | <0,005         |
| PCB kong. 138        | µg/l     | <0,005         | <0,005         |
| PCB kong. 153        | µg/l     | <0,005         | <0,005         |
| PCB kong. 180        | µg/l     | <0,005         | <0,005         |
| PCB kongenery celkem | µg/l     | 0,146 ±17      | 0,009 ±17      |

Použité metody:

| Název ukazatele | SOP | Metoda     | A/N |
|-----------------|-----|------------|-----|
| Antimon         |     | subdodávka | SA  |
| Arsen           |     | subdodávka | SA  |
| Baryum          |     | subdodávka | SA  |
| Berylium        |     | subdodávka | SA  |
| Hliník          |     | subdodávka | SA  |
| Chrom           |     | subdodávka | SA  |
| Kadmium         |     | subdodávka | SA  |
| Kobalt          |     | subdodávka | SA  |
| Mangan          |     | subdodávka | SA  |
| Měď             |     | subdodávka | SA  |
| Molybden        |     | subdodávka | SA  |
| Nikl            |     | subdodávka | SA  |
| Olovo           |     | subdodávka | SA  |
| Selen           |     | subdodávka | SA  |
| Thalium         |     | subdodávka | SA  |
| Vanad           |     | subdodávka | SA  |
| Zinek           |     | subdodávka | SA  |

# **PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 1489/07**

List č. 3/3

| Název ukazatele      | SOP      | Metoda              | A/N |
|----------------------|----------|---------------------|-----|
| Železo               |          | subdodávka          | SA  |
| PCB kong. 28         | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 52         | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 101        | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 118        | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 138        | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 153        | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kong. 180        | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |
| PCB kongenery celkem | SOP7.1.1 | EPA Method 505.8082 | A   |

Nejistota (%) je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

Za laboratoře schválil :

J. Hůlová  
výstup výsledků

V Praze dne : 27.03.2007

## C Protokoly k experimentu č.3

### C.1 Přesné stanovení koncentrace Fe<sup>0</sup> ve vzorku

#### PROTOKOL O ZKOUSKACH č. 2056/07

List č. 1

**Objednatel :** AQUATEST a.s. Liberec  
**Odp. osoba :** Kvapil RNDr.  
**Název akce :** D-nanotechnologie  
**Číslo akce :** 668068401051  
**Lokalita :**  
**Odebral :** Peterka  
**Datum analýzy :** 16.04.07 - 19.04.07

AQUATEST a.s. Liberec

Výsledky se vztahují pouze ke zkoušeným položkám.

Protokol o zkouškách nesmí být bez písemného souhlasu laboratoře reprodukován jinak než celý.

Laboratoř odpovídá pouze za výsledky zkoušek vzorku ve stavu, ve kterém byl zákazníkem dodán.

| Čís. vzorku | Označení vzorku          | Hloub.<br>(m) | Železo<br>mg/l | Typ vzorku     | Datum<br>odběru | Datum<br>příjmu |
|-------------|--------------------------|---------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 6427/07     | Fe 5ml/H <sub>2</sub> O  |               | 1120           | kapalný vzorek | 04.04.07        | 16.04.07        |
| 6428/07     | Fe 10ml/H <sub>2</sub> O |               | 2220           | kapalný vzorek | 04.04.07        | 16.04.07        |

##### Použité metody:

| Název ukazatele | SOP        | Metoda           | Nejist. | A/N |
|-----------------|------------|------------------|---------|-----|
| Železo          | SOP 5.12.1 | ČSN EN ISO 11885 | ±15%    | A   |

Nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%. Tato nejistota nezahrnuje nejistotu odběru vzorků.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

**Za laboratoře schválil :** J. Hůlová

**V Praze dne :** 23.04.2007

## C.2 Odběr 2 týdny po nasazení

### PROTOKOL O ZKOUŠKÁCH č. 2271/07

List č. /2

| Ukazatel             | Jednotka | sl/l      | Fe 1g/l/l | Fe 5g/l/l |
|----------------------|----------|-----------|-----------|-----------|
| PCB kong. 28         | µg/l     | 1,98±17%  | 1,06±17%  | 0,203±17% |
| PCB kong. 52         | µg/l     | 0,43±17%  | 0,188±17% | 0,034±17% |
| PCB kong. 101        | µg/l     | 0,022±17% | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 118        | µg/l     | 0,007±17% | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 138        | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 153        | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kong. 180        | µg/l     | <0,005    | <0,005    | <0,005    |
| PCB kongenery celkem | µg/l     | 2,44±17%  | 1,25±17%  | 0,237±17% |

#### Použité metody:

| Název ukazatele      | SOP Metoda | Metoda              | A/N |
|----------------------|------------|---------------------|-----|
| PCB kong. 28         | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 52         | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 101        | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 118        | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 138        | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 153        | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kong. 180        | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |
| PCB kongenery celkem | SOP7.1.1   | EPA Method 505,8082 | A   |

Nejistota je vyjádřena jako dvojnásobek standardní nejistoty a charakterizuje interval hodnot, ve kterém lze očekávat skutečnou hodnotu s pravděpodobností 95%. Tato nejistota nezahrnuje nejistotu odběru vzorků.

A - akreditovaná metoda

N - neakreditovaná metoda

SA - subdodávka akreditovaná

SN - subdodávka neakreditovaná

Za laboratoře schválil :

J. Hůlová  
výstup výsledků

V Praze dne : 04.05.2007